

BEST AVAILABLE COPY



PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM

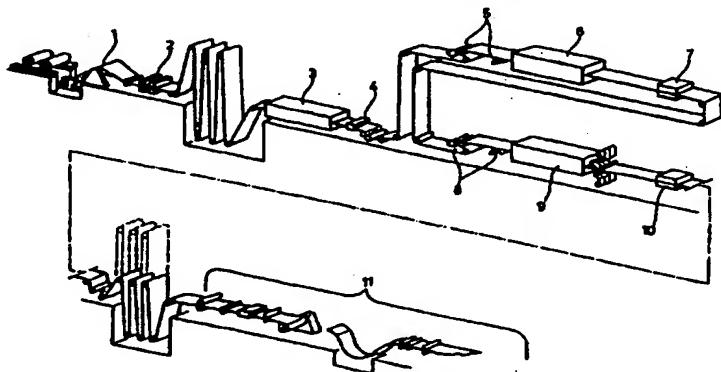
Internationales Büro

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation⁶: B05D 7/14, C09D 163/00, 5/03		A2	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 97/47400
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP97/03086			(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 18. Dezember 1997 (18.12.97)
(22) Internationales Anmeldedatum: 13. Juni 1997 (13.06.97)			(81) Bestimmungsstaaten: CN, JP, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).
(30) Prioritätsdaten: 196 23 717.3 14. Juni 1996 (14.06.96) DE 196 32 426.2 12. August 1996 (12.08.96) DE			Veröffentlicht <i>Ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts.</i>
(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): BASF LACKE + FARBEN AG [DE/DE]; Glasuritstrasse 1, D-48165 Münster (DE).			
(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): LESSMEISTER, Peter [DE/DE]; Beethovenstrasse 6, D-48165 Münster (DE). RADEMACHER, Josef [DE/US]; 30836 Embassy, Beverly Hills, MI 48025 (US).			
(74) Anwalt: FITZNER, Uwe; Kaiserswerther Strasse 74, D-40878 Ratingen (DE).			

(54) Title: METAL STRIP COATING PROCESS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR BESCHICHTUNG VON METALLBÄNDERN



(57) Abstract

The invention relates to a process for coating of metal strips, preferably of steel or aluminium metal, by application of powder paint cleaning and baking. The powder paint contains at least one polyhydroxy-functional resin or at least one epoxy resin, and the distribution of grain size in the powder paint is such that (a) at least 90 wt. % of the powder paint particles have a particle size between 1 and 150 preferably 1 and 100 μm ; (b) the maximum particle size of the powder paint particles for at least 99 wt. % of the particles is $\leq 150 \mu\text{m}$ (c) the average size of the powder paint particles is between > 5 and $60 \mu\text{m}$, preferably 5 and $40 \mu\text{m}$; and (d) the gradient of the grain distribution curve at the turning point is ≥ 50 , preferably ≥ 100 .

(57) Zusammenfassung

Verfahren zur Beschichtung von Metallbändern, vorzugsweise aus Stahl oder Aluminium durch Aufbringen von Pulverlack, Reinigen, und Einbrennen, wobei 1) der Pulverlack mindestens ein Polyhydroxy-funktionelles Harz oder mindestens ein Expoxidharz enthält; und 2) der Pulverlack eine derartige Korngrößenverteilung aufweist, daß a) mindestens 90 Massenprozent der Pulverlackteilchen eine Teilchengröße zwischen 1 und 150, vorzugsweise 1 und 100 μm aufweisen; b) die maximale Teilchengröße der Pulverlackteilchen für mindestens 99 Massenprozent der Teilchen $\leq 150 \mu\text{m}$ beträgt; c) die mittlere Teilchengröße der Pulverlackteilchen zwischen > 5 und $60 \mu\text{m}$, vorzugsweise 5 und $40 \mu\text{m}$ liegt; und d) die Steilheit der Kornverteilungskurve am Wendepunkt ≥ 50 , vorzugsweise ≥ 100 ist.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Grönland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

Verfahren zur Beschichtung von Metallbändern

5

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Beschichtung von Metallbändern, vorzugsweise aus Stahl oder Aluminium.

Stand der Technik

10

Das genannte Verfahren zur Beschichtung von Metallbändern ist in der Fachsprache unter dem Begriff „coil coating“ bekannt. Bei derartigen Verfahren werden Bleche, vorzugsweise aus Stahl oder Aluminium gereinigt, mit einem Lack beaufschlagt und anschließend der Weiterverarbeitung zugeführt.

15

Die wichtigsten Einsatzgebiete sind Trapezprofile, beschichtet mit wetterbeständigen Lacken für Fassaden und Dächer sowie Türen, Fensterrahmen, Tore, Dachrinnen, Jalousien u.ä... Für den Bauinnenbereich finden coil-coating-beschichtete Bleche für Trennwände und Deckenelemente ihre Hauptanwendung.

20

Andere Einsatzgebiete sind aber auch Stahlmöbel, Regalbau, Ladenbau und Geräteverkleidungen. Lampen und Leuchten bilden ein weiteres wichtiges Anwendungssegment. Ebenso gibt es im Fahrzeugbereich eine breite Anwendungspalette. LKW-Aufbauten und Automobilanbauteile werden vielfach aus vorbeschichteten Materialien gefertigt.

25

Zum Beschichten des eingesetzten Substrats wird vielfach eine Vorbehandlung durchgeführt. Als erste Lackierschicht wird vielfach auf der späteren Sichtseite ein Primer in einer Schichtdicke von 5 bis 10 µm aufgetragen. Nach dem ersten Trocknerdurchlauf erfolgt dann die eigentliche Decklackierung, die nach dem Trocknen eine Schichtdicke von etwa 20 µm aufweist. Zum Schutz vor

2

mechanischen Verletzungen wird diese Oberfläche teilweise noch mit einer temporären Schutzfolie im heißen Zustand kaschiert. Parallel zu der Sichtseitenbeschichtung werden auch die Rückseiten mitlackiert, so daß auch hier ein angepaßter Schutzfilm aufgetragen wird. Als Primer kommen beispielsweise 5 Polyesterharze zum Einsatz. Für den Einsatz von coil-coating-beschichteten Fassaden und Dächern im korrosiven Industrieklima kommen als Primer epoxidharzhaltige Systeme zum Einsatz.

Als Decklack werden in erster Linie Flüssiglacke mit unzähligen Farbtönen 10 eingesetzt. Entsprechend dem Anwendungsbereich kommen z.B. Polyester- sowie Polyurethan-Decklacke zur Anwendung. Die normalen Schichtdicken der Decklacke liegen im allgemeinen bei etwa 20 µm.

Neben den genannten flüssigen Primern und Decklacken ist es auch bekannt, 15 Pulverlacke zur Beschichtung von Metallbändern im coil-coating-Verfahren zu verwenden. Pulverlacke haben gegenüber den flüssigen Lacken den großen Vorteil, daß sie lösemittelfrei und damit umweltfreundlicher sind. Gegenüber den oben beschriebenen Flüssiglacken ist jedoch nachteilig, daß die notwendigen Pulverlack-Schichtdicken sehr hoch sind. Diese liegen nämlich zwischen 40 und 50 µm. Bei 20 dünnerer Applikation der Pulverlacke ist die Beschichtung nicht mehr porenfrei. Dies führt zu optischen Defekten und Korrosionsangriffspunkten.

Allgemeine Beschreibung der Erfindung

25 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es nunmehr, ein Verfahren zur Beschichtung von Metallbändern, vorzugsweise aus Stahl oder Aluminium durch Reinigen, Aufbringen von Pulverlack und Einbrennen zur Verfügung zu stellen, daß die Erzielung von Schichtdicken von weniger als 20 µm, vorzugsweise weniger als 15 µm, besonders bevorzugt weniger als 10 µm erlaubt.

3

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß

- 1) der Pulverlack mindestens ein Polyhydroxy-funktionelles Harz und/oder mindestens ein Epoxidharz enthält, und
- 2) der Pulverlack eine derartige Korngrößenverteilung aufweist, daß
 - 5 a) mindestens 90 Massenprozent der Pulverlackteilchen eine Teilchengröße zwischen 1 und 100, vorzugsweise 1 und 50 μm aufweisen,
 - b) die maximale Teilchengröße der Pulverlackteilchen für mindestens 99 Massenprozent der Teilchen $\leq 150 \mu\text{m}$ beträgt,
 - c) die mittlere Teilchengröße der Pulverlackteilchen zwischen > 5 und $60 \mu\text{m}$, vorzugsweise 5 und 40 μm liegt und
 - 10 d) die Steilheit der Kornverteilungskurve am Wendepunkt ≥ 50 , vorzugsweise ≥ 100 ist.

In einer bevorzugten Ausführungsform weist der Pulverlack eine derartige Korngrößenverteilung auf, daß

- 15 a) mindestens 90 Massenprozent der Pulverlackteilchen eine Teilchengröße zwischen 1 und 60 μm , bevorzugt zwischen 1 und 40 μm , aufweist,
- b) die maximale Teilchengröße der Pulverlackteilchen für mindestens 99 Massenprozent der Teilchen $\leq 100 \mu\text{m}$, bevorzugt $\leq 60 \mu\text{m}$, beträgt,
- 20 c) die mittlere Teilchengröße der Pulverlackteilchen zwischen 5 und 20 μm , bevorzugt zwischen 5 und 12 μm , liegt und
- d) die Steilheit der Kornverteilungskurve am Wendepunkt ≥ 100 , bevorzugt ≥ 150 , ist.

25 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist die Korngrößenverteilung derart, daß

- a) mindestens 90 Massenprozent der Pulverlackteilchen eine Teilchengröße zwischen 5 und 25 μm aufweisen,
- b) die maximale Teilchengröße der Pulverlackteilchen für mindestens 99 Massenprozent der Teilchen $\leq 40 \mu\text{m}$ beträgt,

- c) die mittlere Teilchengröße der Pulverlackteilchen zwischen 5 und 12 μm liegt und
- d) die Steilheit der Kornverteilungskurve am Wendepunkt ≥ 200 ist.

5 Die Komponenten des Pulverlacks

Im folgenden sollen nun zunächst die einzelnen Komponenten der erfindungsgemäßen Pulverlacke näher erläutert werden.

- 10 Als Polyhydroxy-funktionelle Harze können beispielsweise Polyester-, Polyether-, Polyurethan-, Polyacrylat- und/oder Polysiloxanharze mit gewichtsmittleren Molekulargewichten Mw zwischen 500 und 200.000, vorzugweise zwischen 1.000 und 100.000 Dalton eingesetzt werden.
- 15 Geeignete Polyhydroxy-funktionelle Polyester A (Polyesterpolyole) werden beispielsweise durch Veresterung von organischen Dicarbonsäuren oder ihren Anhydriden mit organischen Di- und/oder Polyolen hergestellt, wobei die Bildung von Verzweigungsstellen zu Lasten freier Hydroxylgruppen im Polyester unterdrückt werden muß.
- 20 Als Dicarbonsäuren werden vorzugsweise aliphatische, cycloaliphatische gesättigte oder ungesättigte und/oder aromatische zweibasische Carbonsäuren, sowie deren Anhydride und/oder deren Ester eingesetzt. Beispielhaft seien genannt: Phthalsäure(anhydrid), Isophthalsäure, Terephthalsäure, Tetrahydro- oder Hexahydrophthalsäure(anhydrid), Endomethylentetrahydrophthalsäure,
- 25 Bernsteinsäure, Glutarsäure, Sebacinsäure, Azelainsäure, Fumar- und Maleinsäure. Am gebräuchlichsten sind Isophthalsäure und Phthalsäure(anhydrid).
- 30 Vorzugsweise werden als Polyolbausteine aliphatische, cycloaliphatische und/oder araliphatische Alkohole mit 1 bis 6, vorzugsweise 1 bis 4 an nicht-aromatischen Kohlenstoffatome gebundene Hydroxylgruppen verwendet.

Beispielhaft für seien genannt: Ethylen glykol, Propandiol-1,2 und -1,3, Butandiol-1,2, -1,3 und 1,4, 2-Ethylpropandiol-1,3, 2-Ethylhexandiol-1,3, 1,3-Neopentylglykol, 2,2-Dimethylpentandiol-1,3, Hexandiol-1,6, Cyclohexandiol-1,2 und -1,4, 1,2- und 1,4-Bis(hydroxymethyl)cyclohexan, Adipinsäure-bis-(ethylenglykolester), Etheralkohole wie Di- und Triethylenglykol, Dipropylenglykol, perhydrierte Bisphenole, Butantriol-1,2,4, Hexantriol-1,2,6, Trimethylolethan, Trimethylolpropan, Trimethylolhexan, Glycerin, Pentaerythrit, Dipentaerythrit, Mannit und Sorbit, sowie kettenabbrechende Monoalkohole mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen wie Propanol, Butanol, Cyclohexanol, Benzylalkohol und Hydroxypivalinsäure. Bevorzugt eingesetzte Alkohole sind: Glycerin, Trimethylolpropan, Neopentylglykol und Pentaerythrit.

Als Polyetherpolyole A können beispielsweise Polyalkylenether mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen und mindestens einer freien Hydroxygruppe pro 15 Alkyleneinheit eingesetzt werden, wobei die Zahl der sich wiederholenden Alkyleneinheiten pro Polymermolekül zwischen 2 und 100, vorzugsweise zwischen 5 und 50 liegt. Als Beispiele werden Poly-2-hydroxy-1,3-propylenoxid, Poly-2- oder Poly-3-hydroxy-1,4-butylenoxid genannt.

20 Bausteine der Polyhydroxy-funktionellen Polyurethane A (Polyurethanpolyole) können beispielsweise die schon zuvor beschriebenen aliphatischen, cycloaliphatischen und/oder araliphatischen Alkohole mit 1 bis 6, vorzugsweise 1 bis 4 an nicht-aromatische Kohlenstoffatome gebundenen Hydroxylgruppen sein. Weiterhin können auch die zuvor beschriebenen Polyesterpolyole selbst als 25 Polyurethanbausteine eingesetzt werden, wobei gewährleistet sein muß, daß die eingangs genannten Molekulargewichtsgrenzen Mw von 500 bis 200.000, vorzugsweise 1.000 bis 100.000 Dalton bei der Synthese des Polyurethanpolyols nicht überschritten werden, beispielsweise bedingt durch Vernetzung.

6

Beispielhaft für Polyhydroxy-funktionelle Polyacrylate A (Polyacrylatpolyole) seien solche genannt, die als Comonomereinheiten vorzugsweise Hydroxyalkylester der Acrylsäure, Methacrylsäure oder einer anderen alpha,beta-ethylenisch ungesättigten Carbonsäure enthalten. Diese Ester können sich von einem

5 Alkylenglykol ableiten, das mit der Säure verestert ist, oder sie können durch Umsetzung der Säure mit einem Alkylenoxid erhalten werden.

Als Hydroxyalkylester werden vorzugsweise Hydroxyalkylester der (Meth)acrylsäure, in denen die Hydroxyalkylgruppe bis zu 4 Kohlenstoffatome enthält, oder Mischungen aus diesen Hydroxyalkylestern eingesetzt. Beispielhaft

10 seien genannt: 2-Hydroxyethyl(meth)acrylat, 2- oder 3-Hydroxypropyl(meth)acrylat oder 4-Hydroxybutyl(meth)acrylat.

Die Polyacrylatpolyole können als weitere Comonomereinheiten beispielsweise aliphatische, cycloaliphatische, aromatische und/oder araliphatische (Meth)acrylate mit bis zu 20 Kohlenstoffatomen im Esterrest enthalten, wie

15 beispielsweise: Methyl(meth)acrylat, Ethyl(meth)acrylat, Propyl(meth)acrylat, Butyl(meth)acrylat, Isobutyl(meth)acrylat, tert.-Butyl(meth)acrylat, Hexyl(meth)acrylat, 2-Ethylhexyl(meth)acrylat, Stearyl(meth)acrylat, Lauryl(meth)acrylat, Cyclohexyl(meth)acrylat, Cyclopentyl(meth)acrylat, Cyclooctyl(meth)acrylat, Phenyl(meth)acrylat, 2-Phenylethyl(meth)acrylat oder 3-

20 Phenylpropyl(meth)acrylat. Weiterhin können vinylaromatische Kohlenwasserstoffe, wie Styrol, alpha-Alkylstyrol und Vinyltoluol, sowie (Meth)acrylamide und/oder (Meth)acrylnitril als Comonomereinheiten in den Polyacrylatpolyolen A eingesetzt werden.

25 Als Polyhydroxy-funktionelle Polysiloxane A (Polysiloxanpolyole) werden vorzugsweise Organopolysiloxane verwendet, die Hydroxy-funktionelle Substituenten aufweisen. Beispielhaft seien Methylhydroxyethylpolysiloxan, Methyl-3-hydroxypropylpolysiloxan oder Ethyl-3-hydroxypolysiloxan genannt. Solche Organopolysiloxane können auch als oligomere und/oder polymere Bausteine in

30 den zuvor beschriebenen Polyhydroxy-funktionellen Harzen A enthalten sein.

Zu den genannten Organopolysiloxanen vergleiche beispielsweise Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Aufl., Band 21, Seiten 520 bis 510, Verlag Chemie, Weinheim, Deerfield Beach, Basel, 1982.

5 Epoxidharze

Als Epoxidkomponente geeignet sind vorzugsweise alle aromatischen, aliphatischen und/oder cycloaliphatischen Epoxidharze mit Epoxidäquivalentgewichten zwischen 300 und 5500, bevorzugt 400 und 3000, 10 besonders bevorzugt zwischen 600 und 900 und ganz besonders bevorzugt zwischen 700 und 800. Bevorzugt werden Epoxidharze auf Basis Bisphenol-A und/oder epoxidierte Novolakharze eingesetzt. Die Epoxidharze auf Basis Bisphenol A weisen dabei im allgemeinen eine Funktionalität ≤ 2 , die epoxidierten Novolakharze eine Funktionalität ≥ 2 auf.

15 Epoxidharze auf Basis Bisphenol-A bzw. Bisphenol-F weisen dabei im allgemeinen eine Funktionalität von maximal 2 und Epoxidharze vom Novolak-Typ eine Funktionalität von im allgemeinen mindestens 2 auf. Jedoch können auch die Epoxidharze auf Basis Bisphenol-A bzw. Bisphenol-F durch Verzweigung, z.B. 20 mittels Trimethylolpropan, Glycerin, Pentaerythrit oder anderer Verzweigungsreagenzien, auf eine Funktionalität von mehr als 2 gebracht werden.

Selbstverständlich können auch andere Epoxidharze, wie z.B. 25 Alkylenglykoldiglycidylether oder deren verzweigte Folgeprodukte, mit Alkylenglykolen flexibilisierte Epoxidharze auf Basis Bisphenol-A bzw. -F o.ä. eingesetzt werden. Ferner sind auch Mischungen verschiedener der genannten Epoxidharze geeignet.

30 Geeignete Epoxidharze sind beispielsweise die unter folgenden Namen im Handel erhältlichen Produkte: Epikot^R 154, 1001, 1002, 1055, 1004, 1007, 1009, 3003-

4F-10 der Firma Shell-Chemie, XZ 86 795 und DER 664, 667, 669, 662, 642U, und 672U der Firma Dow sowie Araldit XB 4393, XB 4412, GT 7072, GT 7203, GT 7004, GT 7304, GT 7097 und GT 7220 der Firma Ciba Geigy.

5 Weitere Zusatzstoffe

Als weitere Komponente enthält der erfindungsgemäße Pulverlack mindestens einen Härtungskatalysator, üblicherweise in einer Menge von 0,01 bis 5,0 Gew.-%, bevorzugt von 0,05 bis 2,0 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des
10 Pulverlacks.

Weiterhin können die beschriebenen Pulverlacke auf Basis von Polyhydroxy-funktionellen Harzen oder Epoxidharzen noch 0 bis 40 Gew.-%, bevorzugt 15 bis 25 Gew.-%, Füllstoffe enthalten.

15 Im allgemeinen werden anorganische Füllstoffe, beispielsweise Titandioxid, wie z.B. Kronos 2160 der Firma Kronos Titan, Rutil® 902 der Firma Du Pont und RC 566 der Firma Sachtleben, Bariumsulfat und Füllstoffe auf Silikat-Basis, wie z.B. Talkum, Kaolin, Magnesiumaluminumsilikate, Glimmer und ähnliche
20 eingesetzt. Bevorzugt werden Titandioxid und Füllstoffe vom Quarzsand-Typ eingesetzt.

Außerdem können die Pulverlacke gegebenenfalls noch 0,01 bis 10 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 2 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Pulverlacks,
25 weitere Hilfs- und Zusatzstoffe enthalten. Beispiele hierfür sind Verlaufsmittel, Rieselhilfen, Entlüftungsmittel, wie z.B. Benzoin, Pigmente oder ähnliche.

Polyester- und epoxidharzhaltige Pulverlacke

9

Die in Pulverlacken auf Basis von Polyester- und Epoxidharz eingesetzten Polyester weisen eine Säurezahl von 25 bis 120 mg KOH/g, bevorzugt 30 bis 90 mg KOH/g und besonders bevorzugt 60 bis 90 mg KOH/g sowie eine OH-Zahl von mindestens 10 mg KOH/g, bevorzugt von mindestens 15 mg KOH/g und bevorzugt \leq 30 mg KOH/g auf. Bevorzugt werden Polyester mit einer Funktionalität \geq 2 eingesetzt. Die zahlenmittleren Molekulargewichte der Polyester liegen im allgemeinen zwischen 1000 und 10000, bevorzugt zwischen 1500 und 5000. Zum Einsatz kommen hierbei vorzugsweise die obengenannten Polyester. Besonders bevorzugt werden FDA-zugelassene (FDA = Food and Drug Administration) Polyester eingesetzt. Die carboxylgruppen- und hydroxylgruppenhaltigen Polyester sind dabei nach den üblichen Methoden (vgl. z.B. Houben Weyl, Methoden der organischen Chemie, 4. Auflage, Band 14/2, Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1961) herstellbar.

Die Polyesterkomponente wird üblicherweise in einer Menge von 19 bis 80 Gew.-%, bevorzugt von 39 bis 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Pulverlacks, eingesetzt.

Die Epoxidharzkomponente wird in den erfindungsgemäßen Pulverlacken üblicherweise in einer Menge von 19 bis 80 Gew.-%, bevorzugt von 39 bis 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Pulverlacks, eingesetzt.

In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird demgemäß ein Pulverlack eingesetzt,

1) der

A) mindestens einen Polyester mit einer Säurezahl von 25 bis 120 mg KOH/g und einer OH-Zahl \geq 10 mg KOH/g und

B) mindestens ein Epoxidharz mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 300 bis 5500

enthält und

10

2) der eine derartige Korngrößenverteilung aufweist, daß

- a) mindestens 90 Massenprozent der Pulverlackteilchen eine Teilchengröße zwischen 1 und 60 μm aufweisen,
- 5 b) die maximale Teilchengröße für mindestens 99 Massenprozent der Pulverlackteilchen $\leq 100 \mu\text{m}$ beträgt,
- c) die mittlere Teilchengröße der Pulverlackteilchen zwischen 5 und 20 μm liegt und
- d) die Steilheit der Kornverteilungskurve am Wendepunkt größer gleich 100 ist.

10

Erfnungsgemäß einsetzbar ist auch ein Pulverlack auf der Basis von Epoxidharzen und carboxylgruppenhaltigen Polyester,

1) der

15 A) mindestens einen Polyester mit einer Säurezahl von 25 bis 120 mg KOH/g und einer OH-Zahl $> 10 \text{ mg KOH/g}$ und

B) mindestens ein Epoxidharz mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 400 bis 3000

enthält und

20 2) der eine derartige Korngrößenverteilung aufweist, daß

- a) mindestens 90 Massenprozent der Pulverlackteilchen eine Teilchengröße zwischen 1 und 100 μm aufweisen,
- 25 b) die maximale Teilchengröße für mindestens 99 Massenprozent der Pulverlackteilchen $\leq 150 \mu\text{m}$ beträgt,
- c) die mittlere Teilchengröße der Pulverlackteilchen zwischen > 20 und 60 μm liegt und
- d) die Steilheit der Kornverteilungskurve am Wendepunkt ≥ 50 ist.

30

II

Weiterhin enthält der Pulverlack mindestens einen Härtungskatalysator. Vorteilhafterweise ist der Katalysator Imidazol, 2-Methylimidazol, Ethyltriphenylphosphoniumchlorid oder ein anderes Salz desselben, ein Chinolinderivat, wie beispielsweise in der EP-B-10805 beschrieben, ein primäres, sekundäres oder tertiäres Aminophenol, Aluminiumacetylacetonat oder ein Toluolsulfonsäuresalz oder eine Mischung aus verschiedenen der genannten Katalysatoren.

Üblicherweise enthalten die im Handel erhältlichen carboxylgruppen- und hydroxylgruppenhaltigen Polyesterharze bereits den erforderlichen Härtungskatalysator.

Beispiele für derartige handelsübliche carboxyl- und hydroxylgruppenhaltige Polyester, die besonders bevorzugt eingesetzt werden, sind die unter den folgenden Markennamen im Handel erhältlichen Produkte: Crylcoat 314, 340, 344, 2680, 316, 2625, 320, 342 und 2532 der Firma UCB, Drogenbos, Belgien, Grilesta 7205, 7215, 72-06, 72-08, 72-13, 72-14, 73-72, 73-93 und 7401 der Firma Ems-Chemic sowie Neocrest P 670, P 671, P 672, P 678 und P 662 der Firma ICI.

Pulverlacke auf Basis von Epoxidharzen und phenolischen Härtern

In einer weiteren Ausführungsform werden für das erfundungsgemäße Verfahren ein Pulverlack auf der Basis von Epoxidharzen und phenolischen Härtern eingesetzt,

1) der

25

- A) mindestens ein Epoxidharz mit einem Epoxidäquivalentgewicht von 300 bis 5500 und
- B) mindestens einen Härter mit mehr als einer phenolischen Hydroxylgruppe pro Molekül und einem Hydroxyl-Äquivalentgewicht, bezogen auf phenolische OH-Gruppen, von 100 bis 500 enthält und

30

12

2) der eine derartige Korngrößenverteilung aufweist, daß

- a) mindestens 90 Massenprozent der Pulverlackteilchen eine Teilchengröße zwischen 1 bis 60 μm aufweisen,
- 5 b) die maximale Teilchengröße für mindestens 99 Massenprozent der Pulverlackteilchen $\leq 100 \mu\text{m}$ beträgt,
- c) die mittlere Teilchengröße der Pulverlackteilchen zwischen 5 bis 20 μm liegt und
- d) die Steilheit der Kornverteilungskurve am Wendepunkt > 100 ist.

10

Die Epoxidharzkomponente wird in dem beschriebenen Pulverlack üblicherweise in einer Menge von 29 bis 80 Gew.-%, bevorzugt von 39 bis 60 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pulverlacks, eingesetzt.

15 Die Härterkomponente wird in dem erfindungsgemäßen Pulverlack üblicherweise in einer Menge von 10 bis 50 Gew.-%, bevorzugt von 15 bis 40 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pulverlacks, eingesetzt.

Es ist bevorzugt, daß der eingesetzte Pulverlack

- 19 bis 80 Gew.-% der Epoxidharzkomponente A,
- 20 - 10 bis 50 Gew.-% der Härterkomponente Ba) oder
- 19 bis 80 Gew.-% der Polyesterkomponente Bb)

enthält, wobei die Prozentangaben jeweils auf das Gesamtgewicht des Pulverlacks bezogen sind.

25 Diese Pulverlacke sind bekannt und in der DE-OS-42 04 266, Seite 3, Zeile 39, bis Seite 6, Zeile 38 und der DE-OS-40 38 681, Seite 3, Zeile 55 bis Seite 5, Zeile 16, beschrieben.

30 Geeignete Epoxidharze sind beispielsweise die unter dem obengenannten Namen im Handel erhältlichen Produkte.

13

Bevorzugt werden aromatische Epoxidharze auf Basis Bisphenol-A und/oder Bisphenol-F und/oder Epoxidharze vom Novolak-Typ eingesetzt. Besonders bevorzugt eingesetzte Epoxidharze auf Basis Bisphenol-A oder Bisphenol-F weisen ein Epoxidäquivalentgewicht von 500 bis 2000 auf. Besonders bevorzugt eingesetzte Epoxidharze vom Novolak-Typ weisen ein Epoxidäquivalentgewicht von 500 bis 1000 auf.

Als Härterkomponente geeignet sind alle festen Verbindungen mit mehr als einer phenolischen OH-Gruppe, bevorzugt 1,8 bis 4, besonders bevorzugt ≤ 3 , ganz besonders bevorzugt 1,8 bis 2,2 phenolischen OH-Gruppen pro Molekül und einem Hydroxyl-Äquivalentgewicht, bezogen auf phenolische OH-Gruppen, von 100 bis 500, bevorzugt 200 bis 300.

Bevorzugt werden als Härter solche auf Basis Bisphenol-A und/oder Bisphenol-F eingesetzt. Besonders bevorzugt wird als Härter das Kondensationsprodukt des Diglycidylethers von Bisphenol-A bzw. Bisphenol-F mit Bisphenol-A bzw. Bisphenol-F, insbesondere das Kondensationsprodukt mit einem auf phenolische Hydroxylgruppen bezogenen Äquivalentgewicht von 220 bis 280. Diese Kondensationsprodukte werden üblicherweise hergestellt durch Umsetzen von i.a. überschüssigem Bisphenol mit einem Bisphenol-Diglycidylether in Gegenwart eines geeigneten Katalysators. Bevorzugt wird das Kondensationsprodukt hergestellt durch Umsetzen des Diglycidylethers mit dem Bisphenol im Gewichtsverhältnis von 0,5 bis 2. Diese Härter auf der Basis dieser Kondensationsprodukte des Bisphenol-Diglycidylethers mit einem Bisphenol weisen im allgemeinen eine Funktionalität von maximal 2 auf, wobei durch Verwendung von Verzweigungsreagenzien wiederum höhere Funktionalitäten eingestellt werden können.

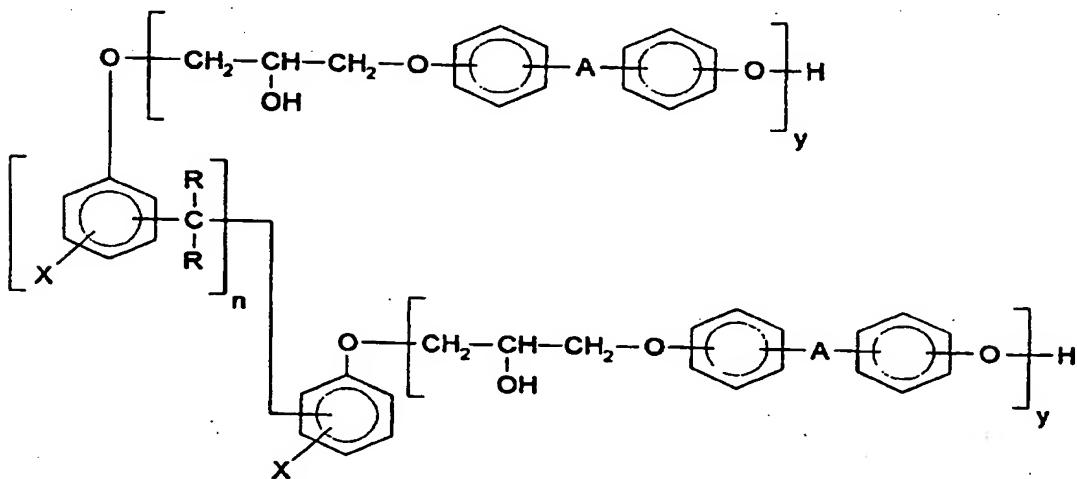
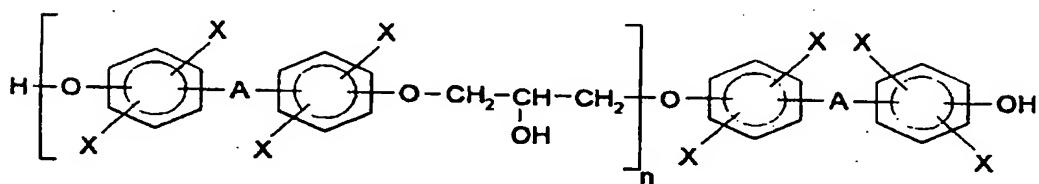
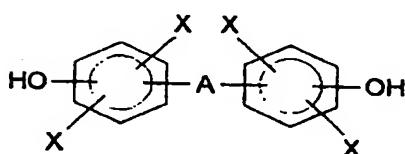
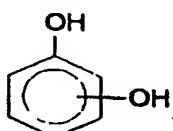
Als Härter geeignet sind ferner auch die Umsetzungsprodukte von Bisphenolen mit Epoxidharzen vom Novolak-Typ. Bevorzugt werden diese Härter durch Umsetzen

14

des Epoxidharzes mit dem Bisphenol im Gewichtsverhältnis von 0,5 bis 2 in Gegenwart eines geeigneten Katalysators erhalten.

Geeignet sind beispielsweise die in der DE-PS-23 12 409 in Spalte 5, Zeile 2 bis Spalte 6, Zeile 55 beschriebenen phenolischen Härter. Diese Polyphenole

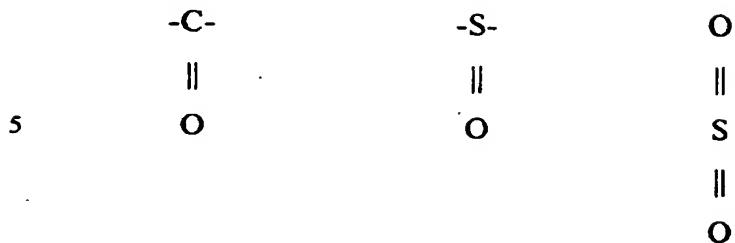
entsprechen den folgenden allgemeinen Formeln



in denen

A ein zweiwertiger Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 6 C-Atomen oder die Reste

-O-, -S-, -S-S-,



10 x ein Wasserstoff- oder ein Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen ist,
 n einen mittleren Wert von 1 bis 9, bevorzugt von 2 bis 7 und
 y einen Wert von 0 oder 1

annimmt.

15 Eingesetzt werden können ferner auch die in der DE-OS 30 27 140 beschriebenen phenolischen Härter.

20 Selbstverständlich sind auch mit Verzweigungsreagenzien modifizierte Härter und/oder flexibilisierte Härter geeignet. Ferner können auch Mischungen von verschiedenen der genannten Härter eingesetzt werden.
 Bevorzugt werden dabei FDA-zugelassene Härter eingesetzt.

25 Als weitere Komponente enthalten die beschriebenen Pulverlacke mindestens einen Härtungskatalysator. Vorteilhafterweise werden die Katalyatoren eingesetzt, die auch für die Pulverlacke auf Basis von Epoxid- und Polyesterharzen geeignet sind.

Üblicherweise enthalten die im Handel erhältlichen hydroxylgruppenhaltigen Härter bereits einen Härtungskatalysator.

30 Beispiele für derartige handelsübliche hydroxylgruppenhaltige Härter, die bevorzugt eingesetzt werden, sind die unter den folgenden Namen im Handel

erhältlichen Produkte: D.E.H.^R 81, 82 und 84 der Firma Dow, Härter XB 3082 der Firma Ciba Geigy und Epikure^R 169 und 171 der Firma Shell-Chemie.

Pulverlacke auf Basis von Polyhydroxy-funktionellen Harzen und Polyisocyanaten

5

In einer anderen Ausführungsform der Erfindung wird ein Pulverlack auf der Basis von Polyhydroxy-funktionellen Harzen und Polyisocyanathärtern verwendet,

1) der

10 A) mindestens ein Polyhydroxy-funktionelles Harz mit einem Hydroxylzahl zwischen 5 und 200 mg KOH/g und
B) mindestens einen Polyisocyanathärter mit mehr als einer Isocyanatgruppe pro Molekül

enthält und

15 2) der eine derartige Korngrößenverteilung aufweist, daß

- a) mindestens 90 Massenprozent der Pulverlackteilchen eine Teilchengröße zwischen 1 bis 60 μm aufweisen,
- b) die maximale Teilchengröße für mindestens 99 Massenprozent der Pulverlackteilchen $\leq 100 \mu\text{m}$ beträgt,
- c) die mittlere Teilchengröße der Pulverlackteilchen zwischen 5 bis 20 μm liegt und
- d) die Steilheit der Kornverteilungskurve am Wendepunkt > 100 ist.

25 Das Polyhydroxy-funktionelle Harz wird in den erfindungsgemäßen Pulverlacken üblicherweise in einer Menge von 10 bis 90 Gew.-%, bevorzugt von 29 bis 80 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pulverlacks, eingesetzt.

Die Härterkomponente wird in den erfindungsgemäßen Pulverlacken üblicherweise in einer Menge von 10 bis 80 Gew.-%, bevorzugt von 10 bis 50 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Pulverlacks, eingesetzt.

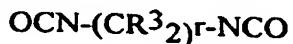
5 Die in den Pulverlacken eingesetzten Polyhydroxy-funktionellen Harze sind feste Polymerharze, die sich aus den bereits oben beschriebenen Komponenten zusammensetzen.

Als Polyisocyanat-Komponente bei der Synthese der Polyurethanpolyole A 10 können aliphatische und/oder cycloaliphatische und/oder aromatische Diisocyanate eingesetzt werden. Als Beispiele für die bevorzugt eingesetzten aromatischen Diisocyanate werden Phenylendiisocyanat, Tolylendiisocyanat, Xylylendiisocyanat, Biphenylendiisocyanat, Naphtylendiisocyanat und Diphenylmethandiisocyanat genannt. Beispiele für cycloaliphatische 15 Polyisocyanate sind Isophorondiisocyanat, Cyclopentylendiisocyanat sowie die Hydrierungsprodukte der aromatischen Diisocyanate wie Cyclohexylendiisocyanat, Methylcyclohexylendiisocyanat und Dicyclohexylmethandiisocyanat. Beispiel für aliphatische Diisocyanate sind sind Trimethylendiisocyanat, Tetramethylendiisocyanat, Pentamethylendiisocyanat, 20 Hexamethylendiisocyanat, Propylenediisocyanat, Ethylethylendiisocyanat, Dimethylethyldiisocyanat, Methyltrimethylendiisocyanat und Trimethylhexandiisocyanat. Als weiteres Beispiel für ein aliphatisches Diisocyanat wird Tetramethylxyloldiisocyanat genannt.

25 Als Härterkomponente geeignet sind aliphatische und/oder cycloaliphatische und/oder aromatische Polyisocyanate, bevorzugt im festen Aggregatzustand bei Applikationstemperatur. Als Beispiele für die bevorzugt eingesetzten aromatischen Polyisocyanate werden Phenylendiisocyanat, Tolylendiisocyanat, Xylylendiisocyanat, Biphenylendiisocyanat, Naphtylendiisocyanat und 30 Diphenylmethandiisocyanat genannt.

18

Beispiele für cycloaliphatische Polyisocyanate sind Isophorondiisocyanat, Cyclopentylendiisocyanat sowie die Hydrierungsprodukte der aromatischen Diisocyanate wie Cyclohexylendiisocyanat, Methylcyclohexylendiisocyanat und Dicyclohexylmethandiisocyanat. Aliphatische Diisocyanate sind Verbindungen
5 der Formel



worin r eine ganze Zahl von 2 bis 20, insbesondere 6 bis 8 ist und R^3 , das gleich
10 oder verschieden sein kann, Wasserstoff oder einen niedrigen Alkylrest mit 1 bis
8 C-Atomen, vorzugsweise 1 oder 2 C-Atomen darstellt. Beispiele hierfür sind
Trimethylendiisocyanat, Tetramethylendiisocyanat, Pentamethylendiisocyanat,
Hexamethylendiisocyanat, Propylendiisocyanat, Ethylethylendiisocyanat,
15 Dimethylethyldiisocyanat, Methyltrimethylendiisocyanat und Trimethylhexan-
diisocyanat. Als weiteres Beispiel für ein aliphatisches Diisocyanat wird
Tetramethylxyloldiisocyanat genannt.

Die Härterkomponente kann neben Diisocyanaten auch einen Anteil an
20 Polyisocyanaten mit Funktionalitäten über zwei, wie z.B. Triisocyanate,
enthalten.

Als Triisocyanate haben sich Produkte bewährt, die durch Trimerisation oder
Oligomerisation von Diisocyanaten oder durch Reaktion von Diisocyanaten mit
polyfunktionellen OH- oder NH-Gruppen enthaltenden Verbindungen entstehen.
Hierzu gehören beispielsweise das Biuret von Hexamethylendiisocyanat und
25 Wasser, das Isocyanurat des Hexamethylendiisocyanats oder das Addukt von
Isophorondiisocyanat an Trimethylolpropan. Die mittlere Funktionalität kann
gegebenenfalls durch Zusatz von Monoisocyanaten gesenkt werden. Beispiele
für solche kettenabbrechenden Monoisocyanate sind Phenylisocyanat,
Cyclohexylisocyanat und Stearylisocyanat.

19

Selbstverständlich sind auch mit Verzweigungsreagenzien modifizierte Härter und/oder flexibilisierte Härter geeignet. Ferner können auch Mischungen von verschiedenen der genannten Härter eingesetzt werden.

5 Als weitere Komponente enthalten die erfindungsgemäßen Pulverlacke mindestens einen Härtungskatalysator. Vorteilhafterweise ist der Katalysator ausgewählt aus der Gruppe der die Umsetzung von Isocyanat- mit Hydroxylgruppen zu Urethangruppen katalysierenden Verbindungen, wie beispielsweise Dibutylzinnndilaurat, Dibutylzinnmaleat, oder Mischungen aus 10 verschiedenen der genannten Katalysatoren.

Die Herstellung des Pulverlacks

Die Herstellung des Pulverlacks erfolgt nach den bekannten Methoden (vgl. z.B. 15 Produktinformation der Firma BASF Lacke + Farben AG, "Pulverlacke", 1990) durch Homogenisieren und Dispergieren, beispielsweise mittels eines Extruders, Schneckenkneters, u.ä. Es ist erfindungswesentlich, daß die Pulverlacke nach ihrer Herstellung auf eine dem Anwendungszweck angepaßte Korngrößenteilung durch Vermahlen und gegebenenfalls durch Sichten und 20 Sieben eingestellt werden.

Für die Verwendung zur Beschichtung der Metallbänder wird die Korngrößenverteilung entsprechend den obigen Angaben eingestellt. Weiterhin ist es erfindungswesentlich, daß bei Verwendung der Pulverlacke zur 25 Beschichtung der Metallbänder die Korngrößenverteilung so eingestellt wird, daß die Steilheit S der Kornverteilungskurve im Wendepunkt die obengenannten Werte aufweist. Besonders bevorzugt ist der Bereich ≥ 200 . Zur Erzielung von Beschichtungen mit besonders guten Eigenschaften werden ganz besonders bevorzugt Pulverlacke eingesetzt, bei denen die Steilheit S der Korngrößenverteilungskurve im Wendepunkt ≥ 300 ist. 30

Die Steilheit S ist dabei definiert als Grenzwert für $f(x_2) - f(x_1)$ gegen Null von $(f(x_2) - f(x_1))/\lg((x_2/x_1))$ am Wendepunkt der Kornverteilungskurve. Die Kornverteilungskurve stellt dabei die Auftragung der kumulierten Massenprozente 5 ($f(x)$) gegen den absoluten Korndurchmesser (x) dar, wobei der Korndurchmesser im logarithmischen Maßstab und die kumulierten Massenprozente im linearen Maßstab dargestellt sind.

Die Einstellung der jeweiligen Korngrößenverteilung der Pulverlacke erfolgt mit 10 geeigneten Mahltaggregaten, ggfs. in Kombination mit geeigneten Sicht- und Siebvorrichtungen, z.B. mit Fließbettgegenstrahlmühlen (AFG) der Firma Alpine, Augsburg, in Kombination mit Turboplex-Feinstsichtern der Firma Alpine, Augsburg.

15 In einer weiteren Ausführungsform können Pulverlacke eingesetzt werden bestehend aus einem ungesättigten Polyester und einem (Meth)Acrylgruppen enthaltenden Polyurethan. Entsprechende Zusammensetzungen sind beispielsweise aus der EP-A-0 585 742 bekannt.

20 Das Einbrennen der Pulverlacke erfolgt gewöhnlich bei 200 bis 350 °C während einer Zeit von 40 bis 10 s. Besonders bevorzugt sind die Bereiche von 250 bis 300 °C bei einer Einbrennzeit von 22 bis 14 s.

25 Die beschriebenen Pulverlacke werden erfindungsgemäß auf verschiedene Substrate appliziert. Im Bedarfsfalle kann über die Pulverlacke eine abziehbare Schutzfolie gezogen werden. Hierfür kommen beispielsweise Folien aus Polyolefinen, Polyamiden, Polyurethanen, Polyestern, Polyacrylaten, Polycarbonate oder einer Mischung dieser polymeren Stoffe in Betracht. Derartige Kunststofffolien weisen gewöhnlich Dicken von 10 bis 500, vorzugsweise 20 bis 30 30 $200 \mu\text{m}$ auf.

21

Aufgrund der vielseitigen Verwendung werden die verschiedensten Trägermaterialien als Substrat für das erfindungsgemäße coil-coating-Verfahren eingesetzt. Als erstes Auswahlkriterium müssen die späteren mechanischen 5 Bearbeitungsschritte berücksichtigt werden. Abkanten, Biegen, Tiefziehen erfordern bestimmte Güten und Festigkeiten, die über die entsprechende Stahl- oder Aluminiumlegierung sichergestellt werden müssen. Als weiteres Kriterium ist das spätere Einsatzgebiet wichtig. Stahlprodukte, die nicht massiven Korrosionsangriffen ausgesetzt sind, können ohne weitere Vorveredelung im coil-coating-Prozeß verarbeitet werden. Bei höherer Feuchte und klimatischer Belastung wird elektrolytisch verzinktes oder feuerverzinktes Material eingesetzt. Neben der normalen Verzinkung spielen hier die aluminiumreichen Varianten Galfan und Galvalume eine wichtige Rolle. Außer Stahl ist auch Aluminium ein wichtiger erfindungsgemäß einsetzbarer Trägerwerkstoff. Vor dem Beschichten 10 mit dem erfindungsgemäßen Pulverlack muß das Substrat durch eine adäquate Vorbehandlung für den Lackierprozeß vorbereitet werden. Hierzu zählen vor allen 15 Dingen das Reinigen und ähnliche Vorbehandlungsschritte.

Das Verfahren des Beschichtens von Metallbändern wird im folgenden anhand der 20 Figuren näher beschrieben:

Zunächst erfolgt das sogenannte Abcoilen des metallischen Trägerwerkstoffs vom Ablaufhaspel 1. Hieran schließt sich das mechanische Zusammenheften des Anfangs des zu behandelnden Bandes an das Ende des im Beschichtungsdurchlauf 25 befindlichen Bandes 2 an.

Die Vorreinigung 3 wird durchgeführt um eine gute Planlage zu gewährleisten. Die Vorbehandlung wird mit verschiedenen Chemikalien durchgeführt. Die Reinigung erfolgt meistens mit sauren oder alkalischen Lösungen.

22

In einer weiteren Behandlungsstufe 4 wird gespült, neutralisiert und getrocknet. In Stufe 5 erfolgt das Auftragen der Beschichtung, wobei das Band entweder ein- oder beidseitig beschichtet wird. Die Applikation erfolgt hierbei nach bekannten Methoden, wie sie beispielsweise in der US-PS 4 183 974 beschrieben sind. Die 5. elektrostatische Aufladung der Pulverteilchen erfolgt durch Reibung (Triboelektrizität) oder elektrostatische Aufladung (Corona-Verfahren).

An den Auftrag des Lackes schließt sich der Durchlauf durch den Ofen 6 an. Die Abkühlung erfolgt in dem Abschnitt 7. Ggf. kann eine zweite 10 Beschichtungsstation 8 vorgesehen sein, in der eine weitere ein- oder beidseitige Beschichtung erfolgt. In der Station 8 kann wahlweise ein Prägen der Beschichtung oder ein Aufbringen einer Schutzfolie durchgeführt werden. In dem Abschnitt 10 erfolgt schließlich die Abkühlung auf Raumtemperatur, woran sich in der Station 11 die Qualitätskontrolle (visuelle Oberflächeninspektion, Stichproben und Tests) 15 anschließt. Schließlich erfolgt das Aufcoilern, wahlweise Längsteilen oder Abtasten und Verpacken.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Beschichtung von Metallbändern, vorzugsweise aus Stahl oder Aluminium durch Aufbringen von Pulverlack, Reinigen, und Einbrennen
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß
 - 1) der Pulverlack mindestens ein Polyhydroxy-funktionelles Harz und/oder mindestens ein Epoxidharz enthält, und
 - 2) der Pulverlack eine derartige Korngrößenverteilung aufweist, daß
 - a) mindestens 90 Massenprozent der Pulverlackteilchen eine Teilchengröße zwischen 1 und 150, vorzugsweise 1 und 100 μm aufweisen,
 - b) die maximale Teilchengröße der Pulverlackteilchen für mindestens 99 Massenprozent der Teilchen $\leq 150 \mu\text{m}$ beträgt,
 - c) die mittlere Teilchengröße der Pulverlackteilchen zwischen > 5 und $60 \mu\text{m}$, vorzugsweise 5 und 40 μm liegt und
 - d) die Steilheit der Kornverteilungskurve am Wendepunkt ≥ 50 , vorzugsweise ≥ 100 ist.
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß ein Pulverlack eingesetzt wird, der eine Korngrößenverteilung aufweist, daß
 - a) mindestens 90 Massenprozent der Pulverlackteilchen eine Teilchengröße zwischen 1 und 60 μm , bevorzugt zwischen 1 und 40 μm , aufweist,
 - b) die maximale Teilchengröße der Pulverlackteilchen für mindestens 99 Massenprozent der Teilchen $\leq 100 \mu\text{m}$, bevorzugt $\leq 60 \mu\text{m}$, beträgt,

24

- c) die mittlere Teilchengröße der Pulverlackteilchen zwischen 5 und 20 μm , bevorzugt zwischen 5 und 12 μm , liegt und
- d) die Steilheit der Kornverteilungskurve am Wendepunkt $\geq 100 \mu\text{m}$, bevorzugt $\geq 150 \mu\text{m}$, ist.

5

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß der Pulverlack eine derartige
Korngrößenverteilung aufweist, daß

- a) mindestens 90 Massenprozent der Pulverlackteilchen eine
Teilchengröße zwischen 5 und 25 μm aufweisen,
- b) die maximale Teilchengröße der Pulverlackteilchen für mindestens 99
Massenprozent der Teilchen $\leq 40 \mu\text{m}$ beträgt,
- c) die mittlere Teilchengröße der Pulverlackteilchen zwischen 5 und 12
 μm liegt und
- d) die Steilheit der Kornverteilungskurve am Wendepunkt ≥ 200 ist.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß der Pulverlack,

- A) mindestens ein Epoxidharz mit einem Epoxidäquivalentgewicht von
300 bis 5500 und
- Ba) mindestens einen Härter mit mehr als einer phenolischen
Hydroxylgruppe pro Molekül und einem Hydroxyl-Äquivalentgewicht,
bezogen auf phenolische OH-Gruppen, von 100 bis 500, vorzugsweise
200 bis 300 oder
- Bb) mindestens einen Polyester mit einer Säurezahl von 25 bis 120 mg
KOH/g und einer OH-Zahl > 10 mg KOH/g und
- C) mindestens ein Epoxidharz mit einem Epoxidäquivalentgewicht von
400 bis 3000 enthält.

30

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,
dadurch gekennzeichnet, daß der Pulverlack
mindestens einen Polyester mit einer Säurezahl von 30 bis 90 mg KOH/g und
einer OH-Zahl von 15 bis 30 mg KOH/g und mindestens ein Epoxidharz mit
einem Epoxidäquivalentgewicht von 600 bis 900 enthält.

10 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
dadurch gekennzeichnet, daß der eingesetzte Pulverlack als
Komponente A Epoxidharze auf Basis Bisphenol-A und/oder epoxidierte
Novolakharze und/oder entweder als Komponente Ba) Härter mit 1,8 bis 4,
bevorzugt \leq 3 phenolischen OH-Gruppen pro Molekül oder als
Komponente Bb) Polyester auf Basis Terephthal- und/oder Trimellithsäure
und Ethylenglykol und/oder Neopentylglykol enthält.

15 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6,
dadurch gekennzeichnet, daß der Pulverlack
- 19 bis 80 Gew.-% der Epoxidharzkomponente A,
- 10 bis 50 Gew.-% der Härterkomponente Ba) oder
- 19 bis 80 Gew.-% der Polyesterkomponente Bb)
20 enthält, wobei die Prozentangaben jeweils auf das Gesamtgewicht des
Pulverlacks bezogen sind.

25 8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet, daß der Pulverlack
A) mindestens ein Polyhydroxy-funktionelles Harz und
B) mindestens einen Polyisocyanathärter mit mehr als einer
Isocyanatgruppe pro Molekül enthält.

26

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3 oder 8,
dadurch gekennzeichnet, daß das Polyhydroxy-funktionelle
Harz ausgewählt ist aus der Gruppe der Polyester-, Polyurether-,
Polyurethan-, Polyacrylat- und/oder der Polysiloxanpolyole.
- 5
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, 8 oder 9,
dadurch gekennzeichnet, daß die Polyhydroxy-funktionelle
Komponente A eine Hydroxylzahl zwischen 5 und 200 mg KOH/g aufweist.
- 10 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6,
dadurch gekennzeichnet, daß der Pulverlack
A) 10 bis 90 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Pulverlacks,
der Polyhydroxy-funktionellen Harzkomponente A und
B) 10 bis 80 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Pulverlacks,
15 der Polyisocyanat-Härterkomponente B
enthält.
12. Verfahren nach Anspruch 11,
dadurch gekennzeichnet, daß der Pulverlack zusätzlich
20 C) 0,01 bis 5 Gew.-% eines Härtungskataysators,
D) ggf. bis zu 40 Gew.-% Füllstoffe sowie
E) ggf. 0,01 bis 10 Gew.-% weitere Hilfs- und Zusatzstoffe
enthält.
- 25 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet, daß der Pulverlack einen
ungesättigten Polyester und ein (Meth)Acrylgruppen enthaltenden
Polyurethan enthält.

27

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß ein Pulverlack nach einem der
Ansprüche 1 bis 8 mit einer Schichtdicke von 7 bis 20 μm , vorzugsweise 10
bis 15 μm aufgebracht wird.

1/1

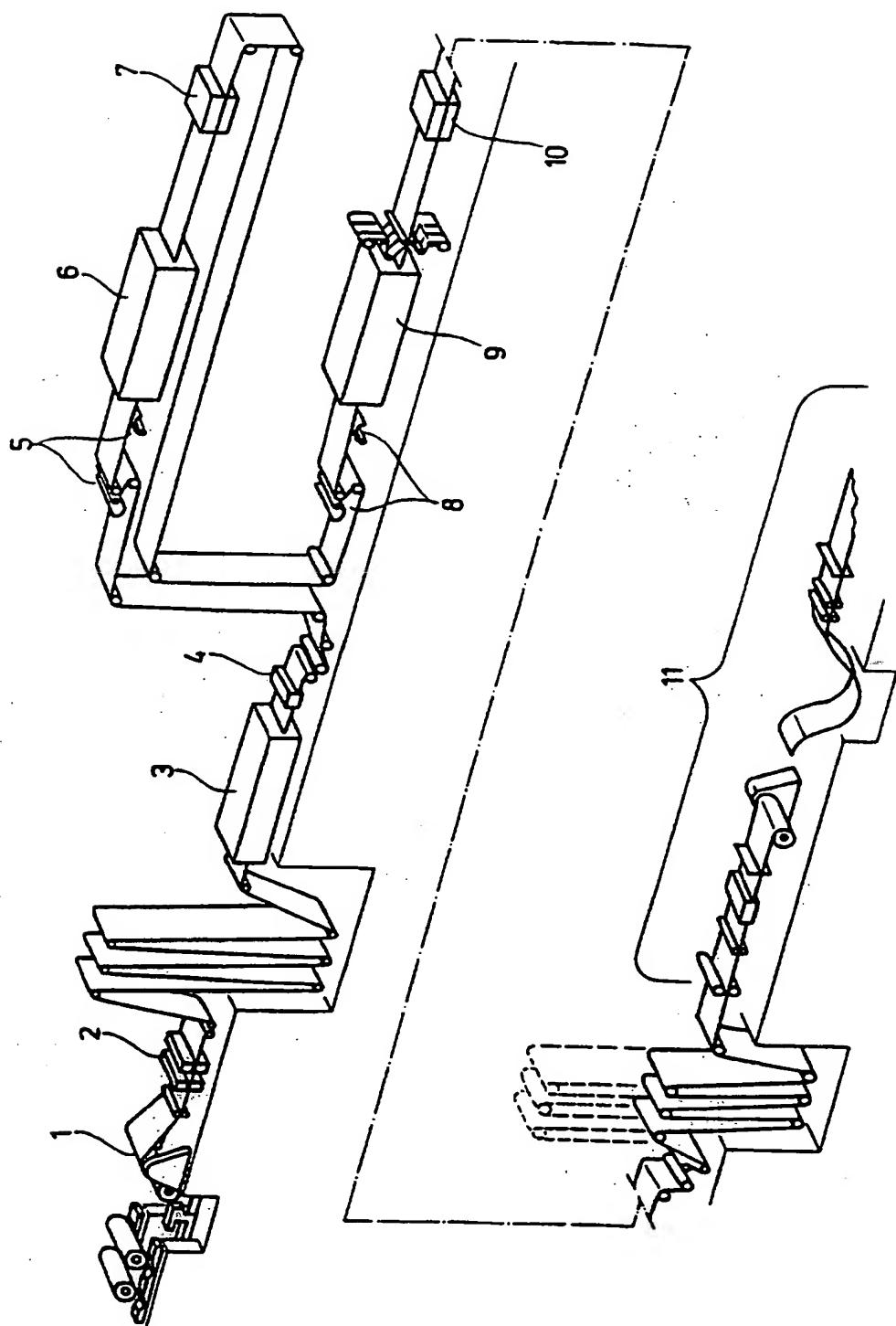


Fig. 1

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.